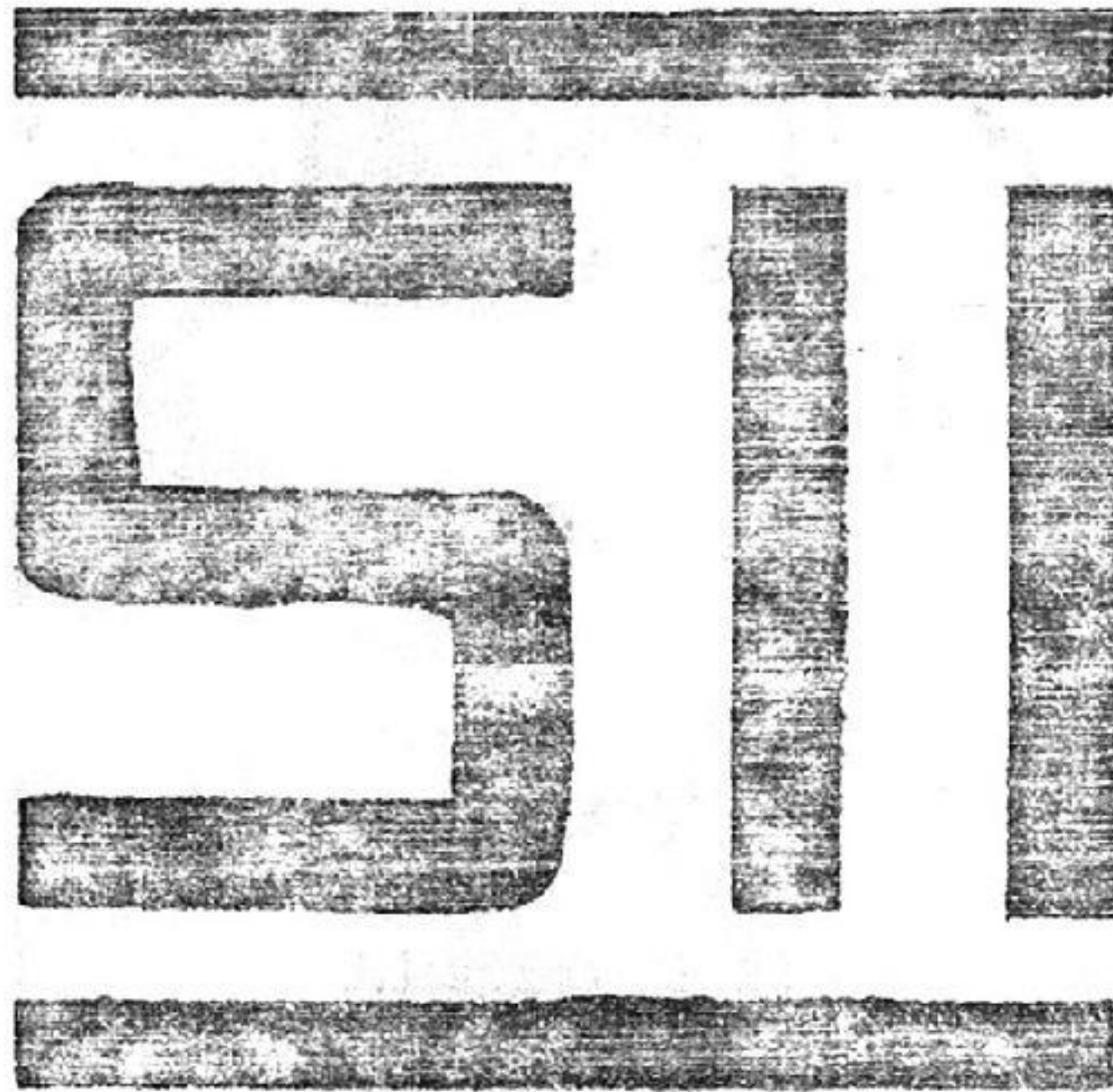


Aluminium fluorida

46991

DOKUMENTASI

16 OCT 1987



STANDAR INDUSTRI INDONESIA

ALUMINIUM FLUORIDA

SN. 2107-87

REPUBLIK INDONESIA
DEPARTEMEN PERINDUSTRIAN

ALUMINIUM FLUORIDA

1. RUANG LINGKUP.

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, syarat lulus uji, cara pengemasan dan syarat penandaan aluminium fluorida.

2. DEFINISI.

Aluminium fluorida adalah padatan berupa kristal putih dengan rumus kimia AlF_3 digunakan dalam proses peleburan aluminium.

3. SYARAT MUTU.

- Kadar aluminium fluorida sebagai AlF_3 , % : min. 90,0
- Kadar silikat sebagai SiO_2 , % : maks. 0,2
- Kadar besi sebagai Fe_2O_3 , % : maks. 0,07
- Kadar Hilang Pijar ($110^\circ\text{--}500^\circ\text{C}$), % : maks. 0,85
- Kadar Air sebagai H_2O , % : maks. 0,35

4. CARA PENGAMBILAN CONTOH.

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SII. 0426 - 81, Petunjuk Pengambilan Contoh Padatan.

5. CARA UJI.

5.1. Kadar Aluminium Fluorida

5.1.1. Prinsip

Fluorida dari AlF_3 dalam suasana asam disulingkan pada suhu tertentu. Kadar fluorida dari kondensat ditentukan dengan cara titrasi torium nitrat.

5.1.2. Peralatan

- Neraca analitik
- Pipet

- Labu ukur
- Erlenmeyer
- Pemanas listrik
- Cawan platina dengan tutup
- Tanur listrik
- Destilasi lengkap seperti pada Gambar
- Pengaduk magnet

5.1.3. Pereaksi

- H_2SO_4 pekat
- Na_2CO_3 kristal p.a
- Larutan alizarin merah 0,05 % (berat/vol)
- NaOH 1 %
- HCl 1:200
- Monokloro asetat (larutan penyangga pH = 3)

Larutkan 2 g NaOH 100 % dalam 50 ml air, dinginkan kemudian tambahkan 9,45 g monokloro asetat dan encerkan sampai 100 ml dengan air

- Natrium fluorida (larutan baku)

Keringkan NaF dalam cawan platina pada suhu $500-550^\circ C$ selama 40-50 menit, kemudian dinginkan dalam desikator H_2SO_4 dan timbang dengan teliti 0,4421 g dan larutkan tepat menjadi 1 liter ($F=0,2$ mg/ml).

- Torium nitrat 0,1 N

Larutkan 14 g $Th(NO_3)_4 \cdot 4H_2O$ dengan air tepat menjadi 1 liter.

5.1.4. Prosedur

- Timbang 0,2 g contoh (dengan ketelitian 0,1 mg) dalam cawan platina.
- Tambah 2 g Na_2CO_3 dan campurkan sempurna
- Tutup cawan dengan penutupnya. Panaskan pelan-pelan berurutan dari $800^\circ C$ selama 1 menit, kemudian panaskan pada suhu tinggi $1000 - 1100^\circ C$ selama 3 - 4 menit untuk dilebur.

- Setelah diangkat 1 menit dari tanur, dinginkan cepat dengan cara merendahkan dasar cawan dengan air dingin
- Cuci leburan tersebut dan pindahkan ke dalam labu Kreiser
- Siapkan peralatan sesuai dengan Gambar
- Sebelumnya buka klem 1 dan tutup klem 2 untuk memanaskan sistem uap
- Alirkan air pendingin, dan siapkan labu ukur 500 ml sebagai penampung
- Tambahkan hati-hati 30 ml asam sulfat pekat melalui corong pemisah, campur baik-baik dengan mengocok pelan-pelan sampai reaksi sempurna
- Jika suhu larutan di dalam labu mencapai 145°C buka klem 2
- Waktu destilasi selama 80 menit dan kondensat mencapai ± 400 ml
- Tepatkan 500 ml dan pipet 20 ml masukkan ke dalam erlenmeyer
- Tambah 1 ml larutan alizarin merah dan netralkan dengan 1 % NaOH antara 2 - 3 tetes. Kemudian netralkan dengan HCl (1.200) sampai perubahan warna menjadi kuning.
- Tambah 1 ml larutan penyangga (monokloro asetat) dan encerkan sampai 70 - 80 ml
- Titrasi dengan torium nitrat 0,1N sambil diaduk dengan pengaduk magnet sampai warna merah jambu. Atur kecepatan titrasi 1 - 2 tetes tiap detik dan warna pada titik akhir sama dengan pada titrasi larutan standar
- Kurva kalibrasi
Ambil 5, 15, 25, 35 ml larutan standar F 0,2 mg/ml, masukkan masing-masing ke dalam Erlenmeyer dan encerkan menjadi 50 ml; selanjutnya kerjakan seperti pada contoh. Buat kurva kalibrasi antara mg fluorida dengan ml $\text{Th}(\text{NO}_3)_4$.

5.1.5. Perhitungan

$$\text{Kadar AlF}_3, \% = \frac{A \times P \times 1,4734}{W} \times 100$$

dimana :

- A = F (mg). dari kurva kalibrasi dengan titrasi torium nitrat 0,1 N.
W = berat contoh dalam gram
1,4734 = faktor AlF_3 terhadap F
P = pengenceran

5.2. Kadar Silikat

5.2.1. Prinsip

Silikat dalam AlF_3 akan bereaksi dengan amonium molibdat membentuk warna kuning yang apabila direduksi berubah menjadi warna biru. Serapannya diukur pada panjang gelombang 655 nm dengan spektrofotometer.

5.2.2. Peralatan

- Neraca analitik
- Cawan platina
- Labu ukur
- Pipet
- Pemanas listrik
- Tanur listrik
- Spektrofotometer

5.2.3. Pereaksi

- HNO_3 1:2
- Asam borat
- Natrium karbonat
- Larutan amonium molibdat 10 %

Larutkan 25 g amonium molibdat $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ dalam 250 ml air.

- Larutan asam tartrat :

Larutan 25 g asam tartrat p.a dalam air sampai 250 ml

- Larutan Pereduksi

Timbang 1,75 g Na_2SO_3 p.a. masukkan dalam gelas piala 100 ml, larutkan dengan 25 ml air. Tambahkan 0,375 g asam 1-amino 2-naftol 4-sulfonik (ANSA)

Timbang 22,5 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ dalam labu ukur 250 ml, larutkan dengan 200 ml air

Campurkan kedua larutan dalam labu ukura dan encerkan sampai tanda garis.

- Larutan standar SiO_2 0,01 mg/ml

Timbang 1,00 g SiO_2 baku dalam cawan platina dan tambahkan 5 g Na_2CO_3

Lebur sampai semua SiO_2 larut sempurna, setelah dingin larutkan dengan air menjadi 1 liter. Pipet 5 ml encerkan sampai 500 ml

- Larutan blanko

Campurkan 2,5 g H_3BO_3 dan 8,25 g Na_2CO_3 dan lebur dengan pemanasan 800°C selama 2 menit selanjutnya pada pemanasan $1000 - 1100^\circ\text{C}$ selama 6 - 7 menit. Setelah dingin campurkan dengan 67,5 ml HNO_3 (1:2) dan larutkan sambil dipanaskan, tepatkan larutan sampai 250 ml

5.2.4. Prosedur

- Timbang 0,5 g contoh dalam cawan platina
- Tambahkan 1 g H_3BO_3 dan 3,3 g Na_2CO_3 campur baik-baik
- Panaskan pada 800°C selama 2 menit selanjutnya pada $1000 - 1100^\circ\text{C}$ selama 6 - 7 menit
- Setelah dingin, tambahkan 27 ml HNO_3 (1+2) dan panaskan di atas penangas pasir sampai larut
- Pindahkan larutan ke dalam labu ukur 100 ml dan tepatkan
- Pipet 10 ml masukkan dalam gelas piala.

- Tambahkan 50 ml air dan atur pH = 1,2 dengan NaOH atau HNO₃ dan masukkan dalam labu ukur 100 ml.
- Tambahkan 2 ml amonium molibdat 10 %, kocok dan biarkan selama 5 menit
- Tambahkan 2 ml asam tartrat dan 2 ml larutan pereduksi, tepatkan sampai tanda garis, kocok dan biarkan 15 menit.
- Ukur serapannya pada panjang gelombang 655 nm, dengan memakai larutan blanko sebagai larutan.
- Larutan blanko :
Pipet 10 ml larutan blanko tambahkan 50 ml air dan atur pH = 1,2 dengan NaOH atau HNO₃ dan masukkan dalam labu ukur 100 ml.
- Tambahkan 2 ml amonium molibdat 10 %, kocok dan biarkan selama 5 menit.
- Tambahkan 2 ml asam tartrat dan 2 ml larutan pereduksi, tepatkan sampai tanda garis, kocok dan biarkan 15 menit.
Ukur serapannya pada panjang gelombang 655 nm.
- Larutan kalibrasi :
Ambil 5,10,15 ml larutan baku SiO₂ masukkan pada labu-labu yang terpisah dan tambahkan masing-masing labu 10 ml larutan blanko, selanjutnya lakukan seperti pada contoh.
Buat kurva kalibrasi absorben dengan mg SiO₂.

5.2.5. Perhitungan :

$$\text{Kadar SiO}_2, \% = \frac{A \times P}{W} \times 100$$

dimana :

A = mg SiO₂ dari kurva kalibrasi

P = pengenceran 100/10

W = berat contoh dalam mg

5.3. Kadar Fe₂O₃

5.3.1. Prinsip

Contoh dilebur dengan asam berat dan natrium karbonat, leburan dilarutkan dengan asam nitrat dan kadar Fe₂O₃ ditentukan dengan AAS. (Spektrofotometer Serapan Atom)

5.3.2. Peralatan :

- Neraca analitik
- Labu ukur
- Gelas piala
- Pipet
- Spektrofotometer Serapan Atom (AAS)

5.3.3. Pereaksi

- Asam borat
- Asam nitrat (1+2)
- Natrium karbonat
- Larutan standar Fe_2O_3

Timbang teliti 0,1 g logam Fe dalam beker gelas.

Tambah 20 ml HCl dan 50 ml air, panaskan sampai larut dan tutup dengan gelas arloji. Setelah dingin tepatkan dengan air 1 liter (baku Fe 0,1 mg/ml)

- Larutan blanko

Campur 1 g H_3BO_3 dan 3,3 g Na_2CO_3 dalam 27 ml

HNO_3 (1+2) dan tepatkan 100 ml dengan air yang telah dididihkan terlebih dahulu kemudian didinginkan.

5.3.4. Prosedur

- Timbang 0,5 g contoh dalam cawan platina
- Tambah 1 g H_3BO_3 dan 3,3 g Na_2CO_3 dan campur baik-baik
- Panaskan 800°C selama 2 menit, kemudian $1000 - 1100^\circ\text{C}$ selama 5 - 7 menit.
- Setelah dingin, tambah 27 ml HNO_3 (1+2) dan panaskan lagi dipenangas pasir sampai larut. Pindahkan kedalam labu ukur 100 ml dan tepatkan dengan air.
- Siapkan larutan standar 1, 2, 3, 4 dan 5 ml, masing-masing ke dalam labu ukur 100 ml dan tepatkan dengan air
- Siapkan parameter instrumen untuk kondisi operasi.
- Hidupkan terlebih dahulu selama 10 sampai 20 menit.
- Nyalakan pembakar dan atomisasikan blanko serta nolkan alat.

- Atomisasikan standar tertinggi (5 ppm) dan atur Burner sedemikian rupa sampai diperoleh kepekaan maksimum
- Ulangi atomisasinya dengan memakai blanko dan nolkan alat
- Atomisasikan standar dan kalibrasikan alat dengan semua standar
- Atomisasikan contoh dan catat hasilnya.

5.3.5. Perhitungan :

$$\text{Fe}_2\text{O}_3, \% = \frac{\frac{100}{1000} \times A \times 1,4297}{W} \times 100$$

dimana :

A = ppm Fe yang diperoleh dari kurva kalibrasi

1,4297 = Faktor Fe_2O_3 terhadap Fe

W = Berat contoh dalam mg

5.4. Kadar Hilang Pijar

5.4.1. Prinsip

Berdasarkan perbedaan berat sebelum dan sesudah pemijaran pada suhu 500 °C

5.4.2. Peralatan

- Cawan platina
- Tanur listrik
- Desikator
- Neraca analitik

5.4.3. Prosedur

- Panaskan cawan platina dalam tanur listrik pada suhu 500 °C ± 20 °C selama 30 menit
- Dinginkan dalam desikator selama 30 menit
- Timbang 10 g contoh dengan ketelitian 1 mg, masukkan ke dalam cawan platina
- Panaskan dalam oven pada 105 - 110 °C selama 2 jam
- Selanjutnya masukkan ke dalam tanur listrik pada suhu 500 °C ± 20 °C selama 1 jam
- Dinginkan dalam desikator selama 30 menit dan timbang kembali

5.4.4. Perhitungan :

$$\text{Hilang Pijar, \%} = \left(\frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100 \right) - M$$

(110 - 500 °C)

dimana :

W_1 = berat sebelum pemanasan, dalam gram

W_2 = berat sesudah pemanasan, dalam gram

W_0 = berat cawan platina kosong, dalam gram

M = kadar air dalam contoh (%)

5.5. Kadar Air

5.5.1. Prinsip

Kadar air ditetapkan berdasarkan perbedaan berat sebelum dan sesudah pemanasan pada suhu 110 °C.

5.5.2. Peralatan

- Neraca analitik
- Botol timbang 50 ml
- Pemanas listrik yang dapat diatur suhunya 100 °C ± 500 °C
- Desikator alumina aktif atau fosfor pentoksida.

5.5.3. Prosedur

- Timbang 10 g contoh (dengan ketelitian 1 mg) masukkan ke dalam botol timbang
- Keringkan dalam pemanas listrik pada suhu 110 °C ± 5 °C selama 2 jam
- Dinginkan dalam desikator dan timbang

5.5.4. Perhitungan :

$$\text{Kadar air, \%} = \frac{W_1 - W_2}{W} \times 100$$

dimana :

W_1 = berat sebelum pengeringan, dalam gram

W_2 = berat sesudah pengeringan pada suhu 110 °C dalam gram.

W = berat contoh, dalam gram

6. SYARAT LULUS UJI

Contoh dinyatakan lulus uji apabila memenuhi seluruh persyaratan yang terdapat pada butir 3.

Apabila hasil pengujian meragukan, maka harus dilakukan pengujian ulang terhadap contoh yang sama.

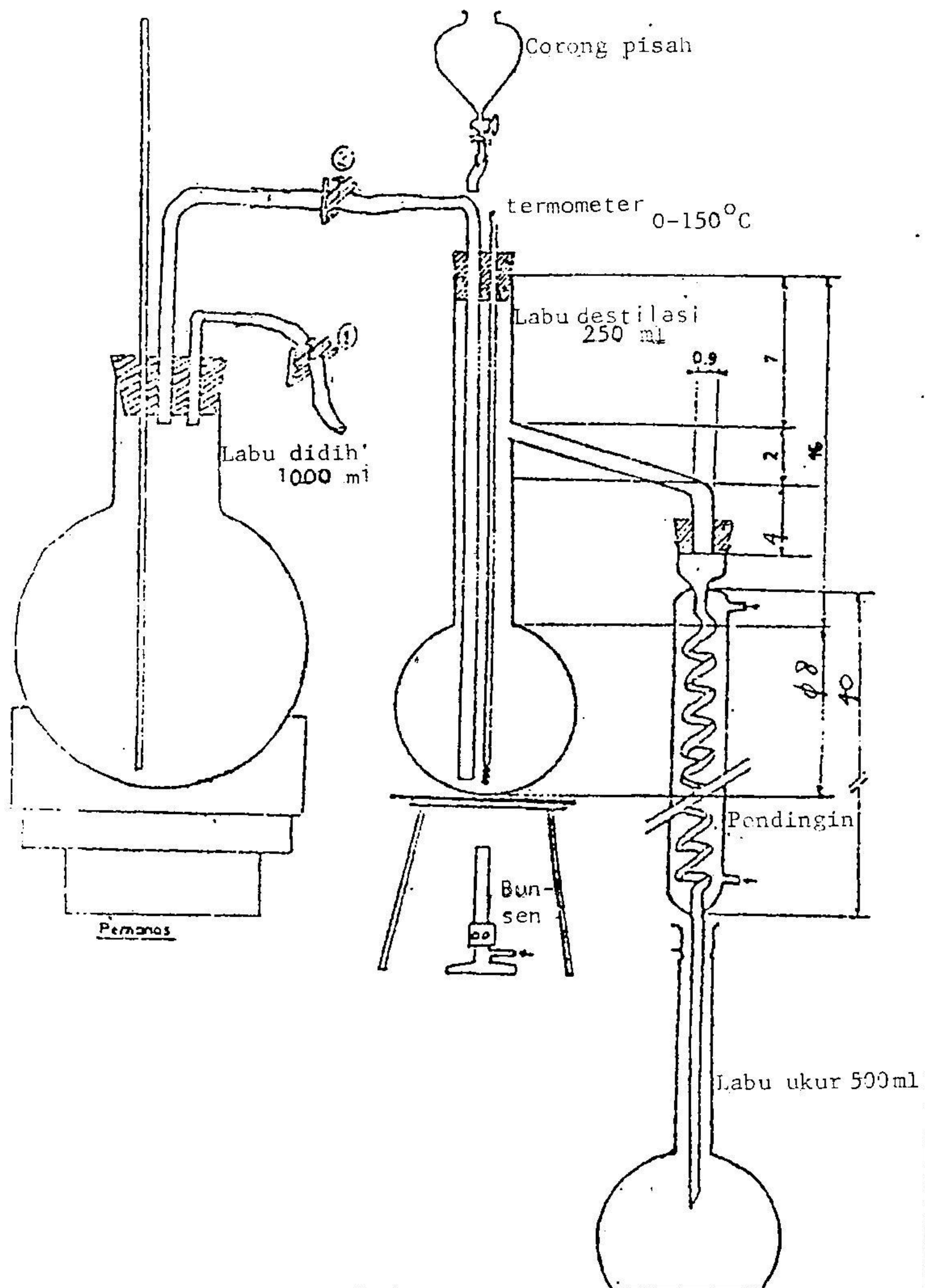
Apabila dari contoh yang diulang itu menghasilkan keraguan maka contoh harus dianggap tidak memenuhi syarat, tetapi bila contoh pengujian ulang itu memenuhi syarat, maka contoh uji harus dinyatakan memenuhi syarat.

7. CARA PENGEMASAN

Aluminium fluorida dikemas dalam wadah yang tidak menimbulkan reaksi dengan isi, tertutup rapat, kuat dan kedap udara.

8. CARA PENANDAAN

Pada setiap kemasan dicantumkan nama produk/nama dagang, kadar AlF_3 , berat bersih, lambang, nama produsen serta tulisan/tanda "jangan pakai gancu".



Gambar
Peralatan Destilasi

BSN

SNI 06-2603-1992 (N)
Aluminium fluorida

Tgl. Pinjaman	Tgl. Harus Kembali	Nama Peminjam

BSN

PERPUSTAKAAN

